

2-3) JP-A-4-174402

[Claim 1] An infrared absorption filter, characterized in that the filter is a polymerization cured product comprising

- (i) from 0.01 to 5 parts by weight of an aminium type infrared absorber,
- (ii) 100 parts by weight of a methyl methacrylate homopolymer or 100 parts by weight of a copolymer of methyl methacrylate and an acrylate, and
- (iii) from 0.1 to 10 parts by weight of a polymerization initiator,

wherein the viscosity average molecular weight of the polymerization cured product is from 50,000 to 7,400,000.

[Claim 2] A process for producing an infrared absorption filter, characterized by incorporating from 0.01 to 5 parts by weight of an aminium type infrared absorber into 100 parts by weight of a methyl methacrylate homopolymer or 100 parts by weight of a copolymer of methyl methacrylate and an acrylate; and then conducting polymerization and curing in a mold in the presence of from 0.1 to 10 parts by weight of a polymerization initiator.

⑫ 公開特許公報 (A)

平4-174402

⑬ Int. Cl.⁵
G 02 B 5/22

識別記号

府内整理番号
7724-2K

⑭ 公開 平成4年(1992)6月22日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全7頁)

⑮ 発明の名称 赤外線吸収フィルターおよびその製造方法

⑯ 特 願 平2-303240

⑰ 出 願 平2(1990)11月7日

⑱ 発明者 板谷 義典 大阪府寝屋川市音羽町14番7号

⑲ 発明者 渡辺 二郎 京都府向日市寺戸町南垣内5

⑳ 発明者 徳村 啓雨 大阪府大阪市生野区巽西1丁目1番18号 エルグリーンタツミ207号

㉑ 出願人 日本非球面レンズ株式会社 大阪府大阪市東淀川区南江口3丁目2番30号

㉒ 代理人 弁理士 三枝 英二 外2名

明細書

発明の名称 赤外線吸収フィルターおよびその製造方法

特許請求の範囲

① (1)アミニウム系赤外線吸収剤0.01~5重量部

(ii)メタクリル酸メチル単独重合体100重量部、またはメタクリル酸メチルとアクリル酸エステルとの共重合体100重量部

(iii)重合開始剤0.1~10重量部

からなる重合硬化物であって、該重合硬化物の粘度平均分子量が50000乃至740000であることを特徴とする赤外線吸収フィルター。

② メタクリル酸メチル単独重合体100重量部またはメタクリル酸メチルとアクリル酸エステルとの共重合体100重量部にアミニウム系赤外線吸収剤0.01~5重量部を含有させ、ついで重合開始剤0.1~10重量部の存在下で成形型内

で重合させ、硬化させることを特徴とする赤外線吸収フィルターの製造方法。

発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、重合法成形により得られる赤外線吸収フィルターとその製造方法に関する。

従来技術とその問題点

一般に、赤外線吸収剤を含有させた樹脂であるプラスチック製赤外線吸収フィルターは従来からよく知られているものである。

また、そのフィルターの成形方法として、透明支持体上に赤外線吸収剤を含有させた樹脂液をコーティングする方法(コーティング法)、樹脂ペレットと赤外線吸収剤とを混練したものを射出する方法(混練射出法)などが主に用いられている。

しかしながら、コーティング法は、基板と成形させる赤外線吸収層との密着性に問題があり、複雑な形状の基板には採用できない。また、混練射

出法は、樹脂温度を高く設定する必要があり、これにより樹脂に含有されている赤外線吸収剤が熱分解し、赤外線吸収剤の性能劣化が引き起こされる。

さらに、コーティング法を用いて光学素子に赤外線吸収層である多層膜を設けた場合には、特定波長と入射光における吸収波長にズレが生じ、結果として上記光学素子の誤作動発生の原因となる。

一方、無機物単結晶を用いて光学素子の赤外線吸収フィルターとした場合には、上記のようなズレは解消されるものの、この場合に用いる無機物単結晶が潮解性であるため、水晶フィルターで外部とのシーリングを行なう必要があり、コスト面などにおいて不利なものとなる。

問題点を解決するための手段

本発明者は、上記従来技術の問題点に鑑み鋭意研究を重ねた結果、赤外線吸収剤を含有させた合成樹脂組成物を、さらに重合、硬化せしめること

で重合させ、硬化させることを特徴とする赤外線吸収フィルターの製造方法。

以下、本発明の赤外線吸収フィルターとその製造方法について詳細に説明する。

公知の方法によって、市販のメタクリル酸メチル、あるいはメタクリル酸メチルとアクリル酸エチルとの予備重合させ、固形分20～40%、粘度200～500cps (30°C) 程度のシラップをつくり、これを本発明の原料である合成樹脂とする。

ついで、上記合成樹脂にアミニウム系赤外線吸収剤を添加混合した後、重合開始剤を加えて合成樹脂組成物とし、これを常法に従って型内で成形する。より具体的には、例えば、合成樹脂組成物を2枚のガラス板に挟まれたシリコンパッキン中へ流し込み、80°C程度で3時間程度重合させることにより、粘度平均分子量が50000乃至7400000の硬化物としたものを本発明の赤

により優れた赤外線吸収フィルターが得られることを見出した。

即ち本発明は、下記の赤外線吸収フィルターおよびその製造方法を提供するものである；

① (i)アミニウム系赤外線吸収剤0.01～5重量部

(ii)メタクリル酸メチル単独重合体100重量部、またはメタクリル酸メチルとアクリル酸エチルとの共重合体100重量部

(iii)重合開始剤0.1～10重量部

からなる重合硬化物であって、該重合硬化物の粘度平均分子量が50000乃至7400000であることを特徴とする赤外線吸収フィルター。

② メタクリル酸メチル単独重合体100重量部またはメタクリル酸メチルとアクリル酸エチルとの共重合体100重量部にアミニウム系赤外線吸収剤0.01～5重量部を含有させ、ついで重合開始剤0.1～10重量部の存在下で成形型内

外線吸収フィルターとする。

本発明で用いる合成樹脂としては、光学的に優れているメタクリル酸メチルの単独重合体、またはメタクリル酸メチルとアクリル酸エチルとの共重合体を用いる。

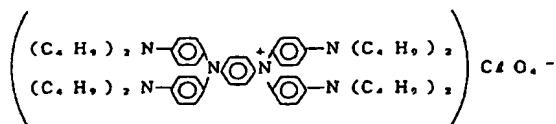
これらの合成樹脂は、固形分20～40%、粘度200～500cps (30°C) の条件下で用いることが好ましい。

また、メタクリル酸メチルとアクリル酸エチルを用いる場合のその重量比は9.5:0.5～8:2程度とする。

アクリル酸エチルは、透明性に優れ、ラジカル重合が可能なものはすべて使用することができ、例えば(メタ)アクリル酸メチル、(メタ)アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸プロピル、(メタ)アクリル酸ブチル、(メタ)アクリル酸シクロヘキシル、(メタ)アクリル酸2-エチルエキシル、(メタ)アクリル酸フェニル、(メタ)

アクリル酸ベンジル、(メタ)アクリル酸グリジルなどを挙げることができる。

つぎに、本発明で用いる赤外線吸収剤としては、公知のアミニウム系赤外線吸収剤を使用することができ、下記構造式



で示されるアミニウム系赤外線吸収剤

〔「Kayasorb IRG-003」(日本化薬社製)として市販されている〕などが具体例として例示できる。

上記アミニウム系赤外線吸収剤の含有量は、合成樹脂100重量部に対して0.01~5重量部、好ましくは0.1~1重量部である。0.01重量部を下回る場合には赤外線の吸収が小さくなり充分な効果が得られず、5重量部を上回る場合に

よるレドックス触媒などを例示することができる。

上記重合開始剤の含有量は、上記の合成樹脂100重量部に対して0.01~10重量部程度である。

また、上記重合開始剤の存在下で重合させて得られる硬化物の粘度平均分子量は、50000乃至740000とする。粘度平均分子量が50000を下回る場合には、良好な固体物性が充分得られず、機械的強度の低下などが起こるので好ましくない。これに対して、分子量が大きすぎる場合は特に問題はなく、当該粘度平均分子量が50000以上であれば、本発明の効果は達成され、当該粘度平均分子量の上限は、物性には実質的に関与しない。しかしながら、実用上、工業的に得られるものは740000までのものである。また、粘度平均分子量の測定方法としては、次の方法によった。即ち、まず得られた硬化物を溶媒に溶解させ、その時の濃度(c)および比粘

は可視光域での光線透過率が低くなり、実用に供することが不可能となる。

尚、上記以外の赤外線吸収剤、例えば金属錯体系、アントラキノン系などの赤外線吸収剤を用いると、これらがラジカル重合触媒により分解されてしまい、実質的な効果を得ることができないで本発明には不適である。

また、重合開始剤は、一般に使用されているものを用いることができ、例えば有機酸化物としては、過酸化ベンゾイル、過酸化ラウロイル、ジ-*t*-ブチルペルオキシヘキサヒドロテレフタレート、*t*-アミルペルオキシ2-エチルヘキサンエート、*t*-ブチルペルオキシ2-エチルヘキノエートなどを、アゾ化合物としては、アゾビスイソブチロニトリル、アゾビス-4-メトキシ-2,4-ジメチルバロニトリル、アゾビスシクロヘキサン-1-カルボニトリルなどを、その他過酸化物あるいは過硫酸塩と還元剤の組み合わせに

度(η_{sp})を用いて下記の式により固有粘度[η]を求める。

$$[\eta] = (c) - (\eta_{sp}) / (c)$$

つづいて、固有粘度[η]を用いて下記の式より粘度平均分子量(M_w)を算出した。

$$[\eta] = K M_w$$

(但し、Kおよび α は、ポリマーと溶媒の組み合せで決定される定数)

発明の効果

本発明の赤外線吸収フィルターは、粘度平均分子量が50000以上の重合体であるので、複雑な形状のものが作成可能で、しかも重合(硬化)温度が使用する赤外線吸収剤の分解温度以下であるので該吸収剤の性能に悪影響を及ぼすことはない。

また、光学素子(CCD素子など)に用いる場合、本発明赤外線吸収フィルターがもつ性質即ち光学歪み、樹脂むらなどのない優れた光学的安定

性により、入射光の入射角に左右されずに特定波長の光を吸収することができ且つ無機物単結晶などでは必要なシーリングが不要となる。

そのほか、ガラスのように割れることなく、軽量で、安価でしかも生産性に優れているなどのさまざまな利点をもちそなえていることにより、電荷結合素子（CCD素子）、フォトダイオード、発光ダイオードなどの光学（変換）素子の波長感度特性補償用の光学フィルターおよびノイズリダクションに用いることができ、また熱線遮断を利用した溶接用防護メガネ、自動車、航空機などの車窓あるいは植物の生育制御にも応用することができる。

実施例

以下、実施例を示し、本発明の特徴とするところをより一層明瞭にする。

実施例1

市販のメタクリル酸メチルを精製後、アゾビス

行ない、粘度平均分子量91000、直径30mm、厚さ2mmのキャスト板を得た。このキャスト板を歪計で調べたところ、その歪みは認められなかった。また、このキャスト板の分光特性を第2図に示す。

実施例3

メタクリル酸メチル100重量部の代わりにメタクリル酸メチル80重量部とアクリル酸メチル20重量部とした以外は、実施例2と同様の操作により行ない、粘度平均分子量89000、直径30mm、厚さ2mmのキャスト板を得た。このキャスト板を歪計で調べたところ、その歪みは認められなかった。また、このキャスト板の分光特性を第3図に示す。

実施例4

メタクリル酸メチル100重量部の代わりにメタクリル酸メチル80重量部とアクリル酸エチル20重量部とした以外は、実施例2と同様の操作

イソブチロニトリルの存在下で重合を制御し、固形分25%、粘度320cps(30°C)のシラップをつくった。

つぎに上記メタクリル酸メチルシラップ100重量部に対してアミニウム系赤外線吸収剤「Kayasorb IRG-003」（日本化薬社製）を0.1部を添加混合した後、重合開始剤としてt-アミルペルオキシ2-エチルヘキサンオート4重量部を加えた合成樹脂組成物を、2枚のガラス板の間に挟まれたシリコンパッキン中へ流し込み、80°C、3時間で重合させ、粘度平均分子量85300、直径30mm、厚さ2mmのキャスト板が得られた。このキャスト板を歪計で調べたところ、その歪みは認められなかった。また、このキャスト板の分光特性を第1図に示す。

実施例2

アミニウム系赤外線吸収剤の添加量を0.2重量部とした以外は、実施例1と同様の操作により

により行ない、粘度平均分子量93000、直径30mm、厚さ2mmのキャスト板を得た。このキャスト板を歪計で調べたところ、その歪みは認められなかった。また、このキャスト板の分光特性を第4図に示す。

以上、実施例1乃至4における分光特性により、本発明の赤外線吸収フィルターは、赤外線域をよく吸収していて非常に優れていることがわかる。

図面の簡単な説明

第1図は、実施例1で得られた赤外線吸収フィルターであるキャスト板における分光特性図である。

第2図は、実施例2で得られた赤外線吸収フィルターであるキャスト板における分光特性図である。

第3図は、実施例3で得られた赤外線吸収フィルターであるキャスト板における分光特性図である。

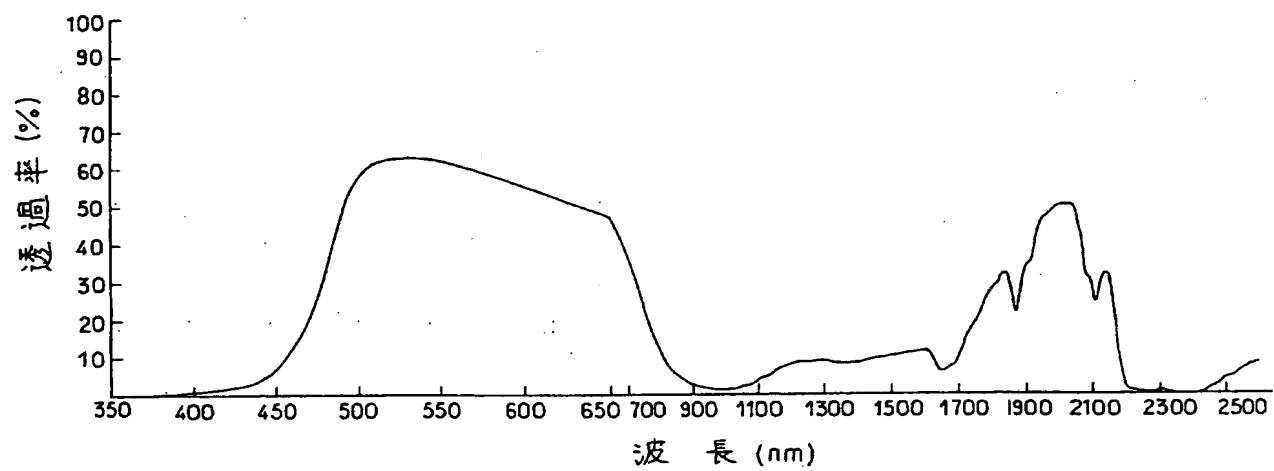
第4図は、実施例4で得られた赤外線吸収フィルターであるキャスト板における分光特性図である。

(以 上)

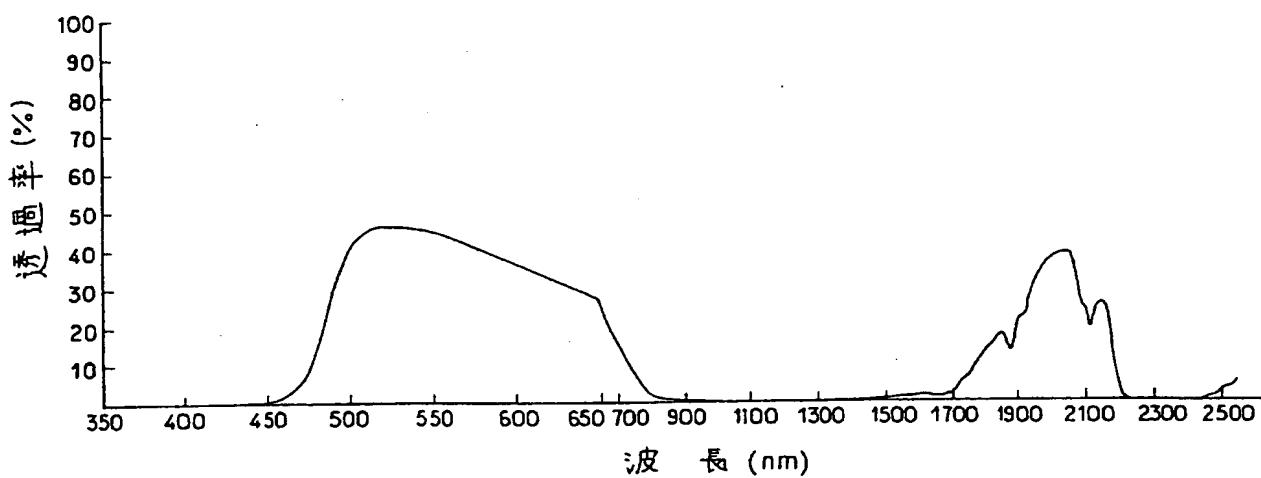
代理人 弁理士 三枝英二



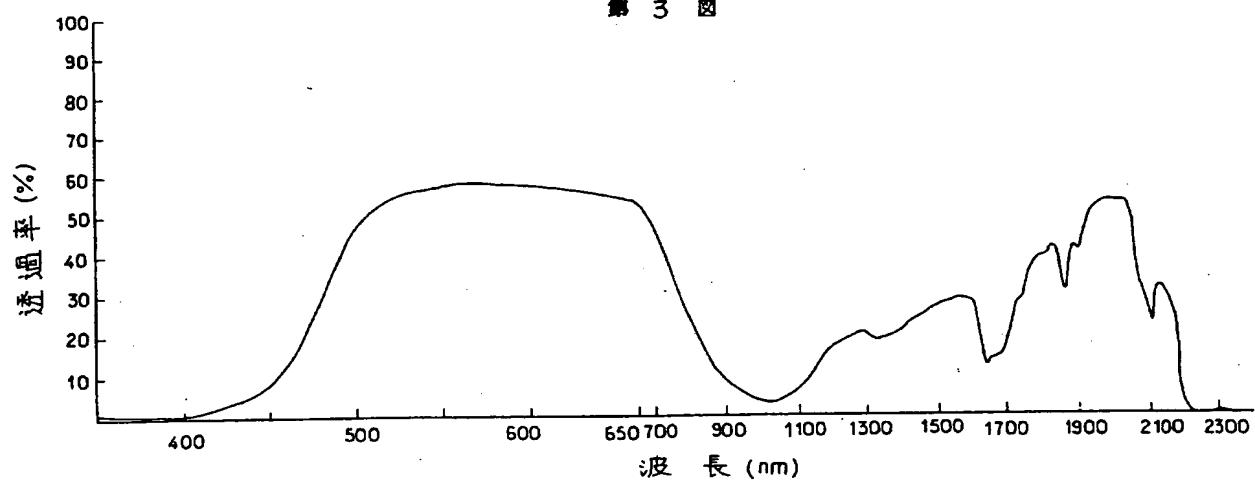
第 1 図



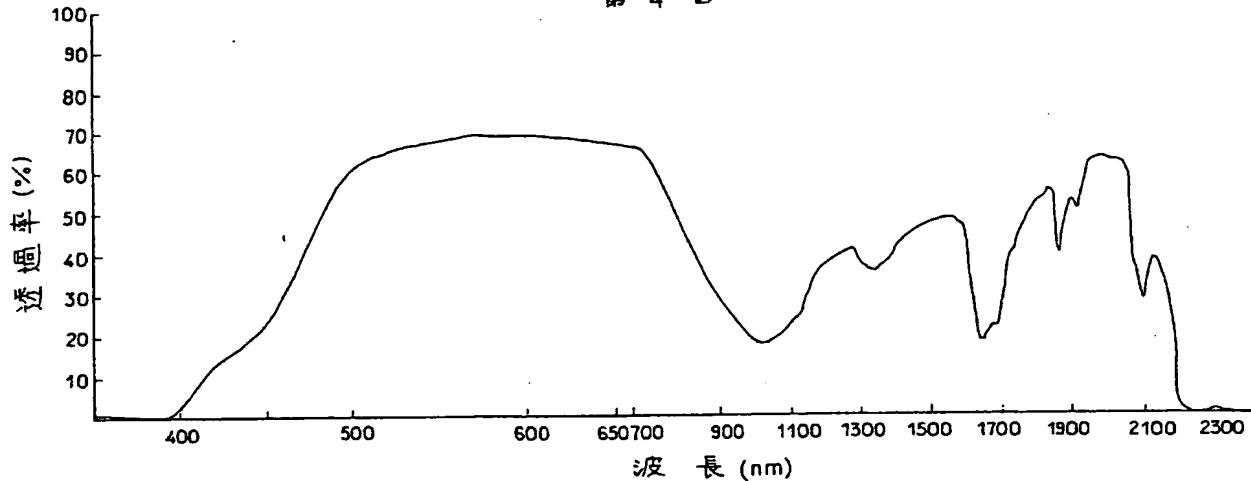
第 2 図



第 3 図



第4図



手続補正書(自発)

平成2年12月19日

特許庁長官 植松 敏 殿

1 事件の表示

平成2年特許願第303240号

2 発明の名称

赤外線吸収フィルターおよびその製造方法

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

日本非球面レンズ株式会社

4 代理人

大阪市中央区平野町2-1-2沢の鶴ビル
☎06(203)0941

(6521)弁理士 三枝英二

5 補正命令の日付

自 発

6 補正の対象

明細書中「発明の詳細な説明」の項

7 補正の内容

別紙添附の通り

補正の内容

1. 明細書第3頁第9行「無機物単結晶」とあるのを「リン酸ガラスに金属イオンが含有したもの(以下、単にリン酸ガラスとする)」と訂正する。

2. 明細書第3頁第11行「無機物単結晶」とあるのを「リン酸ガラス」と訂正する。

3. 明細書第11頁第2行「無機物単結晶など」とあるのを「リン酸ガラスなど」と訂正する。

(以上)

